

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-131004

(43)Date of publication of application : 23.05.1989

(51)Int.Cl.

C01B 3/56
// B01D 53/22

(21)Application number : 62-288807

(71)Applicant : SANYO ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 16.11.1987

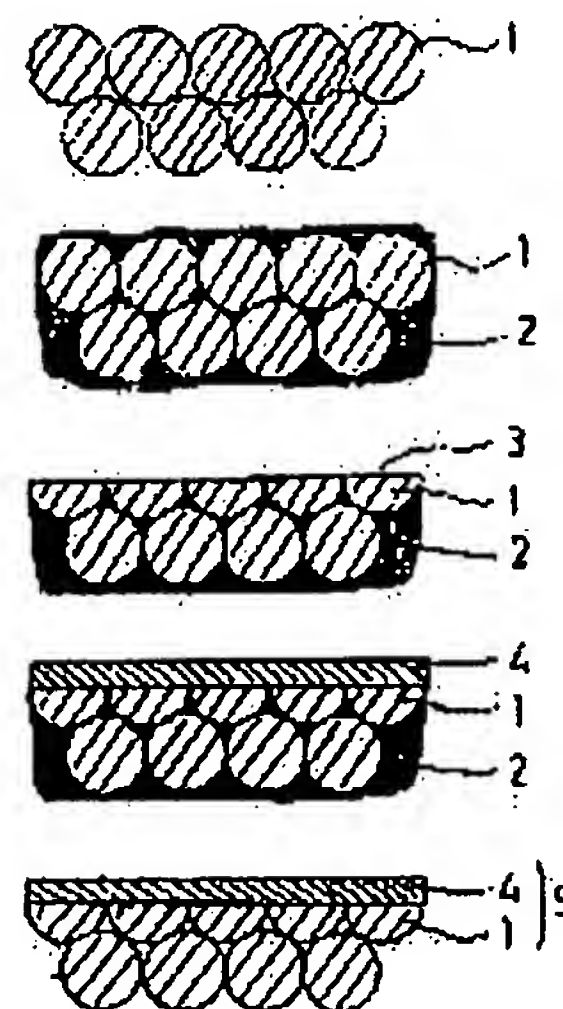
(72)Inventor : FURUKAWA AKIO
YONEZU IKURO

(54) PRODUCTION OF HYDROGEN-SEPARATING MEMBRANE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title high-performance membrane having thereon a hydrogen-occlusive alloy layer of uniform thickness free from pinholes, by cutting and flattening the surface of a porous air-permeable substrate with the void filled with filler and by forming thereon a hydrogen-occlusive alloy layer followed by dissolving the filler off.

CONSTITUTION: The void of a porous air-permeable substrate 1 consisting of e.g., air-permeable stainless steel sintered form having a maximum pore size of ca. 1μ is filled with filler 2 made up of a kind of a heat-resistant polymer (e.g., polyphenylene oxide) to occlude said void followed by cutting and grinding the surface of the substrate 1 to form the flat surface 3. Thence, a hydrogen-occlusive alloy layer 4 consisting of e.g., LaNi_5 is uniformly formed on this surface 3 through e.g., the sputtering process so that the thickness of the layer is ca. 1μ followed by dissolving the filler 2 off using a solvent such as toluene, chloroform or nitrobenzene at ca. 60°C , thus obtaining the objective membrane 5.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-131004

⑪ Int. Cl.⁴
C 01 B 3/56
// B 01 D 53/22

識別記号 庁内整理番号
A-8518-4G
G-7824-4D

⑬ 公開 平成1年(1989)5月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 水素分離膜の製造方法

⑮ 特 願 昭62-288807

⑯ 出 願 昭62(1987)11月16日

⑰ 発 明 者 古 川 明 男 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 三洋電機株式会社内
⑱ 発 明 者 米 津 育 郎 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 三洋電機株式会社内
⑲ 出 願 人 三 洋 電 機 株 式 会 社 大阪府守口市京阪本通2丁目18番地
⑳ 代 理 人 弁 理 士 西 野 卓 嗣 外 1 名

2

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

水素分離膜の製造方法

2. 特許請求の範囲

(I) 多孔質で通気性を有する基板の空孔部に充填剤を充填して該空孔部を閉塞し、次いで空孔部を含む基板の表面を切削し、研磨して平坦面に形成し、次いでこの平坦面上に水素吸蔵合金層を均一に形成し、この後に上記充填剤を空孔部から落出除去して成る水素分離膜の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(I) 産業上の利用分野

本発明は、高純度の水素を精製する装置等を用いられる水素分離膜の製造方法に関する。

(II) 従 来 の 技 術

半導体の還元工程等で大量に使用される高純度水素は、例えば銀・パラジウム合金膜透過法を利用した水素精製装置によつて製造されている。しかし、この装置は銀・パラジウム合金が高価であること、精製時に400℃以上の高温が必要で

あることと云う欠点がある。

そこで、銀・パラジウム合金に代る安価な水素吸蔵合金を用いることが考えられ、更に水素精製のプロセス速度を上げるために、膜厚が薄い水素分離膜が要望された。

ところが、膜厚を0.1～5μm程度とすると、機械的強度を保持するために担持体が必要と成る。現状では特開昭62-191402号公報で示されるように、多孔質で通気性を有する例えば焼結金属基板に、スパッタ法或いは蒸着法で約80μm程度の厚さで水素吸蔵合金層を形成していた。

(I) 発明が解決しようとする問題点

しかし、このものは、焼結金属基板の表面に細孔があるので、極めて平坦性が悪く、この表面に形成された水素吸蔵合金層も膜厚が不均一となり、ピンホールが発生しやすい。

本発明は、ピンホールの発生を抑えて水素分離膜の性能を向上せんとするものである。

(II) 問題点を解決するための手段

本発明による解決手段は、多孔質で通気性を

有する基板の空孔部に充填剤を充填して該空孔部を閉塞し、次いで空孔部を含む基板の表面を切削し、研磨して平坦面に形成し、次いでこの平坦面上に水素吸蔵合金層を均一に形成し、この後に上記充填剤を空孔部から溶出除去した構成である。

実 施 例

即ち、基板表面を充填剤で切削して研磨すると、基板及び充填剤により平坦面が形成され、この平坦面上に水素吸蔵合金層を均一に形成する。そして、充填剤のみを適当な溶剤等で除去すると、基板表面上に平坦に水素吸蔵合金層が残存し、膜厚も均一となるので、薄くてもピンホールは発生しにくい。

実 施 例

第1図に基づいて説明すると、例えば最大空孔直径1mmで通気性を有するステンレス焼結体から成る基板1に、耐熱性高分子材料の一種であるポリフェニレンオキsidを充填剤2として加える。即ち、このポリフェニレンオキsidの飽和トルエン溶液中に基板1を浸漬し、全ての空孔部を

閉塞すると共に全表面に被覆する。

そして、取り出して乾燥し、この後に基板1の表面を充填剤2と共に切削し、更に研磨して充填剤2が一部を構成する平坦面3を形成する。

次いで、平坦面3上に水素吸蔵合金層4としてランタン・ニッケル合金(LaNi5)を1μmの厚さでスパッタ法によって均一に形成する。

次に、水素吸蔵合金層4が形成された基板1を、約60℃に加熱されたトルエン、クロロホルム、ニトロベンゼン等の溶剤中で、超音波洗浄し、基板1の空孔部に在る充填剤2(ポリフェニレンオキsid)を溶出して除去する。

最後に基板1全体をアセトン洗浄し、この後に真空乾燥する。

かくして、得られた水素分離膜5は、気密度試験の結果、ピンホールが存在しないことを確認された。

基板1は、通常の金属焼結体、ガラス、セラミックス等も利用できる。

水素吸蔵合金層4は、希土類・ニッケル基合金、

チタニウム基合金、マグネシウム・ニッケル基合金を採用することもでき、その形成方法は、スパッタ法の他に、イオンプレーティング法、蒸着法等も利用できる。

充填剤2は、耐熱性高分子等の樹脂で良く、その除去用溶剤は採用樹脂に応じて選択する。

因みに、水素分離膜5を本発明方法によって得た場合と従来方法によって得た場合の比較を表で示す。

	水素吸蔵合金	基板の最大空孔径(μm)	膜厚(μm)	形成膜の均一性	形成膜の平坦性	ピンホールの有無
本発明方法	LaNi5	1	1	○	○	無
従来方法	LaNi5	1	1	X	X	有

(b) 発 明 の 効 果

本発明に依れば、基板に多孔質で通気性を有するものを用いた場合でも水素吸蔵合金層を平坦面上に均一に形成できると共に、基板の通気性を

保持できる。このために形成された水素吸蔵合金層でのピンホールの発生を抑制、防止して、極めて高性能の水素分離膜を得ることができものである。

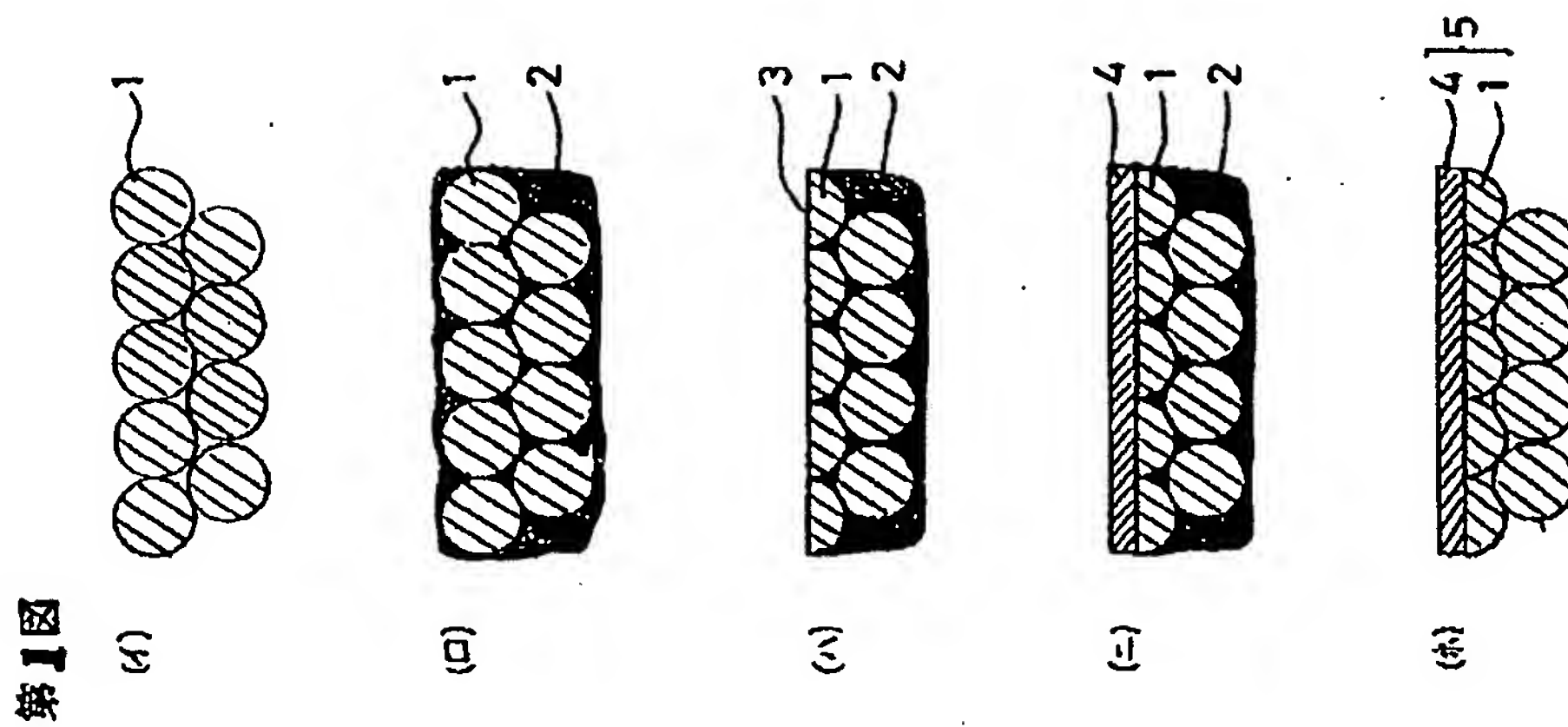
4. 図面の簡単な説明

第1図(a)(b)(c)(d)は本発明方法を順に示す断面図である。

1…基板、2…充填剤、3…平坦面、4…水素吸蔵合金層、5…水素分離膜。

出願人 三洋電機株式会社

代理人 弁理士 西野卓爾(外1名)



2

手続補正書(自発)

昭和 63 年 1 月 27 日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和 62 年特許願第 288807 号

2. 発明の名称

水素分離膜の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (188) 三洋電機株式会社

4. 代理人

住所 守口市京阪本通 2 丁目 18 番地

三洋電機株式会社内

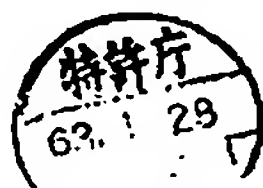
氏名 (8886) 弁理士 西野卓爾

(外 1 名)

連絡先: 電話(東京) 835-1111 特許センター駐在 中川

力
式
印

(印)



5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容

明細書第 3 頁第 11 行に「…水素吸蔵合金層…」
とあるを「…水素吸蔵合金層…」と補正する。

以上